

Application Note AN-V-019

Blei in einem Chemisch Ni-Bad

Direkte Bestimmung von Bleistabilisatoren mittels anodischer Stripping-Voltammetrie

Blei wird in der Regel als Stabilisator in Chemisch Nickel-Verfahren verwendet. Die regelmäßige und genaue Bestimmung der elektrochemisch aktiven Pb^{2+} -Konzentration ist unerlässlich, damit der Vernickelungsprozess optimal und unter stabilen Bedingungen ablaufen kann.

Die stromlose (chemische) Vernickelung wird in verschiedenen industriellen Produktionsprozessen eingesetzt (z. B. bei der Herstellung von Festplatten oder als Korrosions- und Verschleißschutz). Die ENIG- (Chemisch Nickel, Immersion Gold) und ENEPIG-Verfahren (Chemisch Nickel, Chemisch Palladium, Immersion Gold) sind bei der Herstellung von

Leiterplatten (PCB) sehr vom Erfolg dieser Methode abhängig, da die Chemisch Nickel-Beschichtung der erste Schritt im Prozessverlauf ist. Die Verringerung der Produktmenge, die aufgrund von Beschichtungsfehlern außerhalb der Spezifikation liegt, kann den Herstellern erhebliche Kosten sparen.

Die anodische Stripping-Voltammetrie unter Nutzung der Differential-Puls-Technik kann zur Bestimmung des aktiven Bleigehalts verwendet werden. Die voltammetrische Bestimmung hat sich als einfaches, empfindliches, selektives und störungsfreies Verfahren für diese Anwendung bewährt.

PROBE

Chemisch Nickel-Bad

DURCHFÜHRUNG

Probe und Grundelektrolyt werden in das Messgefäß zugegeben. Die voltammetrische Bestimmung von Blei wird am 884 Professional VA an der Multi-Mode-Elektrode pro als Arbeitselektrode unter Verwendung der in **Tabelle 1** aufgeführten Parameter durchgeführt. Die Blei-Konzentration wird durch zweimalige Zugabe einer Pb-Standardlösung bestimmt.



Abbildung 1. 884 Professional VA.

Tabelle 1. Parameter für die Pb-Bestimmung

ParAmpere	Einstellung
Arbeitselektrode	MME pro (HMDE)
Betriebsart	DP – Differenzial-Puls
Anreicherungspotential	-0,6 V
Anreicherungszeit	90 s
Startpotential	-0,6 V
Endpotential	-0,35 V bis -0,25 V
Peakpotential Pb	-0,4 V bis -0,44 V

ELEKTRODEN

- Arbeitselektrode: Multi-Mode-Elektrode pro mit silanisierten Glaskapillaren
- Referenzelektrode: Ag/AgCl/KCl (3 mol/L) Elektrolytgefäß mit Brückenelektrolyt: KCl (3 mol/L)
- Hilfselektrode: Platinstift-Elektrode

ERGEBNISSE

Die voltammetrische Bestimmung von Pb^{2+} in Chemisch Nickel-Bädern lässt sich auf einfache und unkomplizierte Weise durchführen. Die Methode ist selektiv und frei von Interferenzen. Sie ist für Konzentrationen im niedrigen bis mittleren mg/L-Bereich im Chemisch Nickel-Bad geeignet.

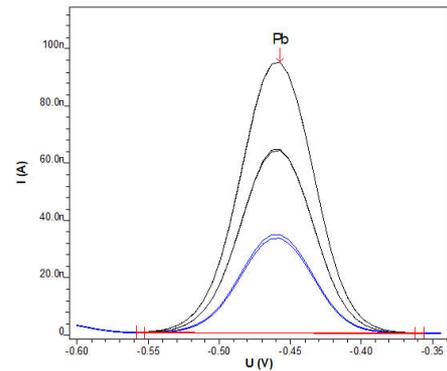


Abbildung 2. Bestimmung von Pb^{2+} in einem Chemisch Nickel-Bad mit zwei Standardadditionen.

Tabelle 2. Ergebnis

Probe	Konzentration Pb^{2+} [mg/L]
Chemisch Ni-Bad	1,1

Interne Referenzen: AW DE4-0226-122009; AW DE4-

0166-112004

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

KONFIGURATION



884 Professional VA semiautomated für Multi-Mode-Elektrode (MME) mit 2 Dosinos

884 Professional VA semiautomated für Multi-Mode-Elektrode (MME) ist ein komfortabler High-End-Routineanalysator für Spurenbestimmungen mit Voltammetrie und Polarographie mit der Multi-Mode-Elektrode pro oder der scTRACE Gold. Die bewährte Metrohm-Elektrodenteknik in Kombination mit einem leistungsfähigen Potentiostaten/Galvanostaten und der extrem flexiblen **viva**-Software eröffnet neue Perspektiven für die Bestimmung von Schwermetallen. Der Potentiostat mit zertifiziertem Kalibrator justiert sich vor jeder Messung automatisch neu und garantiert höchstmögliche Präzision.

Mit dem Gerät können auch Bestimmungen mit rotierenden Scheibenelektroden durchgeführt werden, zum Beispiel Bestimmungen von organischen Additiven in galvanischen Bädern mit «Cyclic Voltammetric Stripping» (CVS), «Cyclic Pulse Voltammetric Stripping» (CPVS) und Chronopotentiometrie (CP). Der austauschbare Messkopf ermöglicht den schnellen Wechsel zwischen den verschiedenen Applikationen mit unterschiedlichen Elektroden.

Zwei mitgelieferte 800 Dosinos erlauben die automatische Zugabe von Hilfslösungen während der Bestimmung, zum Beispiel Elektrolyt, Puffer oder Standardlösungen.

Zur Steuerung, Datenerfassung und -auswertung wird die Software **viva** benötigt.

Das 884 Professional VA semiautomated für Multi-Mode-Elektrode (MME) wird mit umfangreichem Zubehör und Messkopf für die Multi-Mode-Elektrode pro geliefert. Elektrodensatz und **viva**-Lizenz sind separat zu bestellen.



VA-Elektrodenausrüstung mit Multi-Mode-Elektrode pro für Professional-VA-Geräte

Kompletter Elektrodensatz für polarographische und voltammetrische Bestimmungen. Enthält Multi-Mode-Elektrode pro, Referenzelektrode, Platin-Hilfselektrode, Messgefäß, Rührer, Elektrolytlösung und weiteres Zubehör zum Aufbau und Betrieb der Multi-Mode-Elektrode.